

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-60832

(43) 公開日 平成7年(1995)3月7日

| (51) Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|-----------|-----|--------|
| B 2 9 C 55/12 | | 7639-4F | | |
| B 3 2 B 27/20 | | Z 8413-4F | | |
| C 0 8 J 5/18 | | 9267-4F | | |
| C 0 8 K 3/22 | K A E | | | |
| 3/36 | K A H | | | |

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|-----------|-----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平5-213952 | (71) 出願人 | 000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号 |
| (22) 出願日 | 平成5年(1993)8月30日 | (72) 発明者 | 岡崎 巖 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |
| | | (72) 発明者 | 大島 桂典 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |
| | | (72) 発明者 | 阿部 晃一 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |

(54) 【発明の名称】 二軸配向フィルム

(57) 【要約】

【構成】一次粒径10～200nm、平均粒径50～600nm、粒子密度3.4～4.0g/cm³の凝集 α -アルミナ粒子を含有する二軸配向フィルム。

【効果】本発明の二軸配向フィルムによれば、特定の一次粒径、二次粒径、粒子密度の凝集 α -アルミナ粒子を用いたので、フィルム表面が傷つきにくく、また、磁気媒体用とした時に、優れた画質、ドロップアウト特性を得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一次粒径10～200nm、平均粒径50～600nm、粒子密度3.4～4.0g/cm³の凝集 α -アルミナ粒子を含有することを特徴とする二軸配向フィルム。

【請求項2】 凝集 α -アルミナ粒子の他に γ -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ、ジルコニア、シリカ、チタンから選ばれた少なくとも1種類の凝集粒子Aを含有することを特徴とする請求項1に記載の二軸配向フィルム。

【請求項3】 凝集 α -アルミナ粒子が、少なくとも2層構造からなる積層フィルムの1つの最外層に含有されていることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の二軸配向フィルム。

【請求項4】 凝集 α -アルミナ粒子の他に単分散粒子Bを含有することを特徴とする請求項1～請求項3のいずれかに記載の二軸配向フィルム。

【請求項5】 単分散粒子Bが、炭酸カルシウム、コロイダルシリカ、酸化チタン、有機粒子から選ばれた少なくとも1種類であることを特徴とする請求項4に記載の二軸配向フィルム。

【請求項6】 単分散粒子Bの平均粒径d (nm)と単分散粒子Bを含有するフィルム層の厚さt (nm)との関係が $0.2d \leq t \leq 10d$ であることを特徴とする請求項4または請求項5に記載の二軸配向フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、二軸配向フィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】二軸配向フィルム、例えば二軸配向ポリエステルフィルムとしては、ポリエステルに凝集酸化アルミニウム粒子を含有せしめたフィルムが知られている（例えば特開平3-6239号公報）。

【0003】しかし、上記従来の二軸配向フィルムでは、例えば、磁気媒体用途における磁性層塗布、カレンダー工程、あるいは、できたビデオテープ等をダビングしてソフトテープ等を製造する工程等の工程速度の増大に伴い、接触するロールやガイドでフィルム表面に傷がつくという欠点があった。また、従来のものでは、上記ダビング時の画質低下のために、ビデオテープにした時の画質、すなわち、S/N（シグナル／ノイズ比）も不十分という欠点があった。本発明はかかる課題を解決し、特に高速工程でフィルムに傷がつきにくく（以下耐スクラッチ性に優れるという）、しかもダビング時の画質低下の少ない（以下耐ダビング性に優れるという）二軸配向フィルムを提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】この目的に沿う本発明の

粒径50～600nm、粒子密度3.4～4.0g/cm³の凝集 α -アルミナ粒子を含有することを特徴とする。

【0005】本発明の二軸配向フィルムを構成するポリマは、特に限定されないがポリエステルが好ましい。ポリエステルとしては特に限定されないが、エチレンテレフタレート、エチレン α 、 β -ビス（2-クロルフェノキシ）エタン-4,4'-ジカルボキシレート、エチレン2,6-ナフタレート単位から選ばれた少なくとも1種の構造単位を主要構成成分とする場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより良好となるので好ましい。なかでも、エチレンテレフタレートを主要構成成分とするポリエステルの場合に耐ダビング性、耐スクラッチ性がより一層良好となるので特に好ましい。なお、本発明を阻害しない範囲内で、2種以上のポリエステルを混合しても良いし、共重合ポリマを用いても良い。

【0006】本発明の二軸配向フィルムには耐スクラッチ性、耐ダビング性を良好とするために凝集 α -アルミナ粒子が含有される。凝集 α -アルミナ粒子の一次粒径は10～200nm、好ましくは20～150nm、さらに好ましくは30～100nmである。また、平均粒径は50～600nm、好ましくは60～500nm、さらに好ましくは70～400nmである。一次粒径、平均粒径がこの範囲から外れると耐スクラッチ性、耐ダビング性が悪化する。さらに、凝集 α -アルミナ粒子の密度は耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から3.4～4.0g/cm³、好ましくは3.5～4.0g/cm³、さらに好ましくは3.6～4.0g/cm³である。

【0007】凝集 α -アルミナ粒子の含有量は特に限定されないが、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、0.01～3重量%、好ましくは0.05～2重量%、さらに好ましくは0.1～1重量%である。

【0008】本発明の二軸配向フィルムには、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、上記凝集 α -アルミナ粒子の他に γ -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ、ジルコニア、シリカ、チタンから選ばれた少なくとも1種類の凝集粒子Aを含有することが好ましい。耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、凝集粒子Aの一次粒径は、特に限定されないが5～100nm、好ましくは10～80nm、凝集二次粒径は、特に限定されないが20～800nm、好ましくは25～600nm、含有量は、特に限定されないが0.01～3重量%、好ましくは0.05～2重量%である。

【0009】さらに本発明の二軸配向フィルムには、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、上記凝集 α -アルミナ粒子の他に単分散粒子Bを含有することが好ましい。単分散粒子Bの種類としては、特に限定されないが、炭酸カルシウム、コロイダルシリカ、酸化チタン、

in order to

合には、特に限定されないが、結晶形がカルサイト型、バテライト型の場合に、耐スクラッチ性、耐ダビング性が特に良好となる。有機粒子の場合には架橋型の、例えばビニル基を有する架橋有機粒子が好ましい。架橋有機粒子の場合には、特に限定されないが、架橋度が51%以上、好ましくは60%以上、さらに好ましくは75%以上のジビニルベンゼン共重合体粒子が特に好ましい。また一般式が $\text{CH}_3\text{SiO}_{1.5}$ で表されるシリコーン粒子も好ましく例示される。本発明の二軸配向フィルムの単分散粒子Bとしては、これらを2種類以上組み合わせ

て含有してもよい。
【0010】単分散粒子Bの粒径は、平均粒径が $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.2 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.3 \sim 1 \mu\text{m}$ である。また、単分散粒子Bの含有量は特に限定されないが、 $0.01 \sim 10$ 重量%、好ましくは $0.05 \sim 8$ 重量%、さらに好ましくは $0.1 \sim 6$ 重量%の場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性が特に良好となる。

【0011】本発明の二軸配向フィルムは、上記のポリマと凝集 α -アルミナ粒子を主要成分とするが、本発明の目的を阻害しない範囲内で他種ポリマをブレンドしてもよいし、また酸化防止剤、熱安定剤、滑剤、紫外線吸収剤などの有機および無機添加剤が通常添加される程度添加されていてもよい。

【0012】本発明の二軸配向フィルムは、上記組成物を二軸配向せしめたフィルムである。一軸あるいは無配向フィルムでは耐スクラッチ性が不良となるので好ましくない。この配向の程度は特に限定されないが、高分子の分子配向の程度の目安であるヤング率が長手方向、幅方向ともに 350 kg/mm^2 以上である場合に耐スクラッチ性がより一層良好となるので特に好ましい。

【0013】また、本発明の二軸配向フィルムは、ヤング率が上記範囲内であっても、フィルムの厚さ方向の一部分、例えば表層付近のポリマ分子の配向が無配向、あるいは一軸配向になっていない、すなわち厚さ方向の全部分の分子配向が二軸配向である場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となる。特にアッペ屈折率計、レーザーを用いた屈折率計、全反射レーザーラマン法などによって測定される分子配向が、表面、裏面ともに二軸配向である場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより一層良好となる。

【0014】本発明の二軸配向フィルムは、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、凝集 α -アルミナ粒子を含有するフィルムが、少なくとも2層構造からなる積層フィルムの1つの最外層であることが好ましい。

【0015】また、本発明の二軸配向フィルムが3層以上の構造である場合は、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から、前記凝集 α -アルミナ粒子を含有するフィルムが、3層構造からなる積層フィルムの1つの最外層で

【0016】凝集 α -アルミナ以外の単分散粒子Bは、凝集 α -アルミナ粒子と同じ層に含有されていてもよいし、また、異なる層に含有されていてもよいが、耐スクラッチ性、耐ダビング性の点から特に好ましいのは、

(1) 凝集 α -アルミナ粒子と単分散粒子Bが少なくとも片面側の同じ最外層に含有され、そのフィルム層厚さ t と、単分散粒子Bの粒径 d の関係が、 $0.2d \leq t \leq 1.0d$ 、好ましくは $0.5d \leq t \leq 5d$ 、さらに好ましくは $0.5d \leq t \leq 3d$ の場合、または、(2) 単分散粒子Bを含有するフィルム層の厚さ t と、上記単分散粒子Bの粒径 d の関係が、 $0.2d \leq t \leq 1.0d$ 、好ましくは $0.5d \leq t \leq 5d$ 、さらに好ましくは $0.5d \leq t \leq 3d$ であって、その外側に凝集 α -アルミナ粒子を含有する層が最外層として存在し、その最外層の厚さが $0.005 \sim 1 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.02 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の場合である。

【0017】積層構成の、前記凝集 α -アルミナ粒子を含有するフィルム層以外の層を構成するポリマは、特に限定されないがポリエステルが好ましい。ポリエステルとしては特に限定されないが、エチレンテレフタレート、エチレン α , β -ビス(2-クロロフェノキシ)エタン-4, 4'-ジカルボキシレート、エチレン2, 6-ナフタレート単位から選ばれた少なくとも1種の構造単位を主要構成成分とする場合に耐スクラッチ性、耐ダビング性がより良好となるので好ましい。なかでも、エチレンテレフタレートを主要構成成分とするポリエステルの場合に耐ダビング性、耐スクラッチ性がより一層良好となるので特に好ましい。

【0018】本発明の二軸配向フィルムは、耐ダビング性、耐スクラッチ性の点から、少なくとも片面の突起個数が $2 \times 10^3 \sim 5 \times 10^5$ 個/ mm^2 であることが好ましい。少なくとも片面の突起個数は、好ましくは $3 \times 10^3 \sim 4 \times 10^5$ 個/ mm^2 、より好ましくは $5 \times 10^3 \sim 3 \times 10^5$ 個/ mm^2 である。

【0019】次に本発明フィルムの製造方法を、積層ポリエステルフィルムの場合について説明する。

【0020】まず、ポリエステルに凝集 α -アルミナ粒子および他の凝集粒子A、単分散粒子Bを含有させる方法としては、まずエチレングリコールに粒子をスラリーとして分散させる。その後、この粒子含有エチレングリコールを所定のジカルボン酸成分と重合させる。また粒子スラリーをベント式の2軸混練押出機を用いて直接所定のポリエステルに練り込む方法も本発明の効果をより一層良好とするのに非常に有効である。

【0021】粒子の含有量を調節する方法としては、上記方法で高濃度マスターを作っておき、それを製膜時に粒子を実質的に含有しないポリエステルで希釈する方法が有効である。

5

要に応じて乾燥したのち、公知の溶融押出機に供給し、スリット状のダイからシート状に押し出し、キャストイングロール上で冷却固化せしめて未延伸フィルムを作る。すなわち、2または3台の押し出し機、2または3層のマニホールドまたは合流ブロックを用いて、溶融状態のポリエステルを積層する。この場合、凝集 α -アルミナ粒子を含有するポリマ流路に、スタティックミキサー、ギャボンポンプを設置する方法は本発明の効果をより一層良好とするのに有効である。

【0023】次にこの未延伸フィルムを二軸延伸し、二軸配向せしめる。延伸方法としては、逐次二軸延伸法または同時二軸延伸法を用いることができる。ただし、最初に長手方向、次に幅方向の延伸を行なう逐次二軸延伸法を用い、長手方向の延伸を3段階以上に分けて、縦延伸温度80~150℃、総縦延伸倍率3.0~5.5倍、縦延伸速度5000~50000%/分の範囲で行うのが好ましい。幅方向の延伸方法としてはテンターを用いる方法が好ましく、延伸温度80~160℃、幅方向延伸倍率は縦倍率より大きく3.5~6.5倍、幅方向の延伸速度1000~20000%/分の範囲が好ましい。

【0024】次にこの延伸フィルムを熱処理する。この場合の熱処理温度は170~220℃、特に170~210℃で時間は0.5~60秒の範囲が好適である。

【0025】

【物性の測定方法ならびに効果の評価方法】本発明の特性値の測定方法並びに効果の評価方法は次の通りである。

【0026】(1) 凝集粒子の一次粒径、凝集二次粒径、単分散粒子の平均粒径
フィルム断面を透過型電子顕微鏡(TEM)を用い、10万倍以上の倍率で観察する。TEMの切片厚さは約100nmとし、場所を変えて100視野以上測定する。凝集粒子の一次粒径は、凝集粒子の分割できない粒子最小単位についての数平均径、凝集二次粒径は凝集体についての数平均径、単分散粒子の粒径は単分散粒子についての重量平均径である(それぞれ等価円相当径)。

【0027】(2) 粒子の含有量

ポリエステルは溶解し粒子は溶解させない溶媒を選択し、粒子をポリエステルから遠心分離し、粒子の全体重量に対する比率(重量%)をもって粒子含有量とする。場合によっては赤外分光法の併用も有効である。

【0028】(3) 粒子密度

上記(2)で分離した粒子について、ピクノメーター法により求めたが、この方法に限定されるものではない。

【0029】測定手順は次の通りである。

【0030】①あらかじめ、脱気した純水(23℃、0.99754/cm³、化学便覧から引用)を基準としてピクノメーターの容積V(cm³)を求めておく。

6

度d₂(g/cm³)はリアキシーデビソン型ピクノメーター(内容積 約5cm³)を用いて測定しておく。

【0032】③ピクノメーターを洗浄、乾燥した後に、資料をピクノメーターに入れて秤量する。この重量をW₁とする。

【0033】④浸漬液を試料が浸かる位まで入れ、真空デシケータの中で試料および浸漬液中の空気を除く。

【0034】⑤しばらくの間静置して置く。

【0035】⑥恒温槽中に入れ、20分間以上保つ。

【0036】⑦ピクノメーターの標線まで正確に浸漬液を満たした後、恒温槽から取り出し外部の水をきれいに拭取る。その重量を測定し、加えた浸漬液の重量を求める。この浸漬液の重量をW₂とする。

【0037】⑧試料の密度d₁は、次のように算出する。まず、加えた浸漬液の容量をV₂とすると、V₂は次式で求められる。

$$V_2 = W_2 / (d_2 - 0.0012)$$

従って、試料の容積をV₁とすると、

$$V_1 = V - V_2$$

求める試料の密度d₁は

$$d_1 = (W_1 / V_1) + 0.0012$$

【0038】(4) フィルム表面の分子配向

ナトリウムD線(589nm)を光源として、アッペ屈折率計を用いて測定した。マウント液にはヨウ化メチレンを用い、25℃、65%RHにて測定した。ポリマの二軸配向性は長手方向、幅方向、厚さ方向の屈折率をN₁、N₂、N₃とした時、(N₁ - N₂)の絶対値が0.07以下、かつ、N₃ / [(N₁ + N₂) / 2]が0.95以下であることをひとつの基準とできる。また、レーザー型屈折率計を用いて屈折率を測定しても良い。さらに、この方法では測定が難しい場合は全反射レーザーラマン法を用いることもできる。レーザー全反射ラマンの測定は、Jobin-Yvon社製Ramanor U-1000ラマンシステムにより、全反射ラマンスペクトルを測定し、例えばPETの場合では、1615cm⁻¹(ベンゼン環の骨格振動)と1730cm⁻¹(カルボニル基の伸縮振動)のバンド強度比の偏光測定比(YY/XX比など。ここでYY:レーザーの偏光方向をYにしてYに対して平行なラマン光検出、XX:レーザーの偏光方向をXにしてXに対して平行なラマン光検出)が分子配向と対応することを利用できる。ポリマの二軸配向性はラマン測定から得られたパラメータを長手方向、幅方向の屈折率に換算して、その絶対値、差などから判定できる。またカルボニル基の伸縮振動である1730cm⁻¹の半価幅をもって表面の全反射ラマン結晶化指数とした。この場合の測定条件は次のとおりである。

【0039】光源 アルゴンイオンレーザー(5145オングストローム)

に圧着させ、レーザーのプリズムへの入射角（フィルム厚さ方向との角度）は 60° とした。

検出器 PM: RCA31034/Photon Counting System (Hamamatsu C1230) (supply 1600V)

測定条件

SLIT : 1000 μ m

LASER : 100mW

GATE TIME : 1.0sec

SCAN SPEED : 12cm⁻¹/min

SAMPLING INTERVAL : 0.2cm⁻¹

REPEAT TIME : 6

【0040】(5) ヤング率

JIS-Z-1702に規定された方法にしたがって、インストロンタイプの引張り試験機を用いて、25℃、65%RHにて測定した。

【0041】(6) 架橋有機粒子の架橋度

粒子モノマー全重量分の架橋成分モノマー重量で定義する。

【0042】(7) 積層フィルムの積層厚さ

2次イオン質量分析装置(SIMS)を用いて、表層から深さ3000nmの範囲のフィルム中の粒子のうち最も高濃度の粒子に起因する元素とポリエステル炭素元素の濃度比(M^+/C^-)を粒子濃度とし、表面から深さ3000nmまで厚さ方向の分析を行なう。表層では表面という界面のために粒子濃度は低く表面から遠ざかるにつれて粒子濃度は高くなる。本発明フィルムの場合、一旦極大値となった粒子濃度がまた減少し始める。この濃度分布曲線をもとに表層粒子濃度が極大値の1/2となる深さ(この深さは極大値となる深さよりも深い)を求め、これを積層厚さとした。条件は次の通り。

【0043】①測定装置

2次イオン質量分析装置(SIMS) 独、ATOMIKA社製 A-DIDA3000

②測定条件

1次イオン種 : O_2^+

1次イオン加速電圧: 12kV

1次イオン電流 : 200nA

ラスター領域 : 400 μ m \square

分析領域 : ゲート30%

測定真空度 : 6.0×10^{-9} Torr

E-GUN : 0.5kV-3.0A

【0044】なお、表層から深さ3000nmの範囲に最も多く含有する粒子が有機高分子粒子の場合は、SIMSでは測定が難しいので、表層からエッチングしながらXPS(X線光電子分光法)、IR(赤外分光法)などで上記同様のデプスプロファイルを測定し積層厚さを求めても良いし、また、電子顕微鏡等による断面観察で

の差から界面を認識し積層厚さを求めることもできる。さらには積層ポリマを剥離後、薄膜段差測定機を用いて積層厚さを求めることもできる。

【0045】(8) 耐スクラッチ性

フィルムを幅1/2インチのテープ状にスリットしたものをテープ走行性試験機を使用して、ガイドピン(表面粗度: Raで100nm)上を走行させる(走行速度250m/分、走行回数1パス、巻き付け角: 60° 、走行張力: 90g)。この時、フィルムに入った傷を顕微鏡で観察し、幅1 μ m以上の傷がテープ幅あたり2本未満は優、2本以上10本未満は良、10本以上は不良と判定した。優が望ましいが、良でも実用的には使用可能である。

【0046】(9) 耐ダビング性

フィルムに下記組成の磁性塗料をグラビヤロールにより塗布し、磁気配向させ、乾燥させる。さらに、小型テストカレンダー装置(スチールロール/ナイロンロール、5段)で、温度: 70℃、線圧: 200kg/cmでカレンダー処理した後、70℃、48時間キュアリングする。上記テープ原反を1/2インチにスリットし、パンケーキを作成した。このパンケーキから長さ250mの長さをVTRカセットに組み込みVTRカセットテープとした。

【0047】(磁性塗料の組成)

| | |
|------------------|----------|
| ・Co含有酸化鉄 | : 100重量部 |
| ・塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体 | : 10重量部 |
| ・ポリウレタンエラストマ | : 10重量部 |
| ・ポリイソシアネート) | : 5重量部 |
| ・レシチン | : 1重量部 |
| ・メチルエチルケトン | : 75重量部 |
| ・メチルイソブチルケトン | : 75重量部 |
| ・トルエン | : 75重量部 |
| ・カーボンブラック | : 2重量部 |
| ・ラウリン酸 | : 1.5重量部 |

【0048】このテープに家庭用VTRを用いてテレビ試験波発生器により100%クロマ信号を記録し、その再生信号からカラービデオノイズ測定器でクロマS/Nを測定しAとした。また上記と同じ信号を記録したマスターテープのパンケーキを磁界転写方式のビデオソフト高速プリントシステム(スプリンタ)を用いてAを測定したのと同じ試料テープ(未記録)のパンケーキヘダビングした後のテープのクロマS/Nを上記と同様に測定し、Bとした。このダビングによるクロマS/Nの低下(A-B)が3dB未満の場合は耐ダビング性: 優、3dB以上5dB未満の場合は良、5dB以上は不良と判定した。優が望ましいが、良でも実用的には使用可能である。

【0049】

【実施例】次に実施例に基づき、本発明の実施態様を説

【0050】実施例1

一次粒径60nm、二次粒径80nm、粒子密度3.9 g/cm³の凝集 α -アルミナ粒子をエチレングリコール中にて分散させ、このエチレングリコールスラリーをテレフタル酸と重合し、粒子含有ポリエチレンテレフタレートのマスタペレットとした。また、同様にして、平均粒径0.8 μ mの炭酸カルシウムを含有するポリエチレンテレフタレートのマスタペレット、粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートのマスタペレットを得た。

【0051】これらのポリマを適当量混合し（ポリマA：無粒子、凝集 α -アルミナ、炭酸カルシウム、ポリマB：無粒子、炭酸カルシウム）、180℃で8時間減圧乾燥（3 Torr）した後、それぞれ押出機1、押出機2にポリマA、ポリマBをそれぞれ供給し282℃、280℃で溶融した。これらのポリマを高精度濾過した後、矩形合流部にて3層積層とした（積層構成：ポリマA/ポリマB/ポリマA）。

【0052】これを静電印加キャスト法を用いて表面温度25℃のキャストینگ・ドラムに巻きつけて冷却固

間隙/未延伸フィルム厚さの比を10とした。また、それぞれの押出機の吐出量を調節し総厚さ、ポリマA層の厚さを調節した。

【0053】この未延伸フィルムを温度91℃にて長手方向に4.0倍延伸した。この延伸は2組ずつのロールの周速差で、4段階で行なった。この一軸延伸フィルムをテンターを用いて延伸速度2000%/分で105℃で幅方向に5.5倍延伸し、定長下で、195℃にて3秒間熱処理し、総厚さ14 μ mの二軸配向積層フィルムを得た。このフィルムの特性は表1に示したとおりであり、耐スクラッチ性、耐ダビング性が良好であった。

【0054】実施例2、実施例3、比較例1、比較例2実施例1と同様にして、凝集 α -アルミナ粒子の粒径、添加量、および凝集 α -アルミナ粒子以外の粒子の種類、粒径、添加量を変更したフィルムを得た。表1に示すように本発明範囲のフィルムは耐スクラッチ性、耐ダビング性が良好であるが、そうでないものは耐スクラッチ性、耐ダビング性を両立することができない。

【0055】

【表1】

structure

表1

| | A 層 ポ リ マ | | | | | | 積 層 構 成 厚 さ (μm) | 耐スク ラッチ 性 | 耐ダビ ング性 |
|-------|--------------|-----------|------------------------------|--------------------|-----------|-------------------------|---------------------|-----------------|------------|
| | 凝集 α-アルミナ 粒子 | | 凝集 粒子 A | | 単分散 粒子 B | | | | |
| | 一次粒径 (nm) | 二次粒径 (nm) | 粒子密度 (g/cm ³) | 一次粒径 (nm) | 二次粒径 (nm) | 粒径 (μm) | | | |
| 実施例 1 | 60 | | 3.9 | | — | 炭酸カルシウム | A/B/A | 優 | 優 |
| | 80 | | | | | 0.8 | 1.0/13.0/1.0 | | |
| 実施例 2 | 65 | | 3.8 | | — | 架橋ジビニルベンゼン (架橋度 81%) | A/B/A | 優 | 優 |
| | 150 | | | | | 0.5 | 0.5/14.0/0.5 | | |
| 実施例 3 | 55 | | 3.85 | δ-アルミナ 10 35 | | 炭酸カルシウム | A/B | 優 | 優 |
| | 120 | | | | | 0.6 | 0.2/7.0 | | |
| 比較例 1 | — | | — | | — | 炭酸カルシウム | 単層 14.0 | 不良 | 不良 |
| 比較例 2 | 300 | | 3.9 | | — | 炭酸カルシウム | A/B/A | 不良 | 不良 |
| | 300 | | | | | 0.6 | 1.0/13.0/1.0 | | |

aggregated
α-Al₂O₃

【0056】

【発明の効果】本発明の二軸配向フィルムによれば、特定の一次粒径、二次粒径、粒子密度の凝集α-アルミナ*

*粒子を用いたので、フィルム表面が傷つきにくく、また、磁気媒体用とした時に、優れた画質、ドロップアウト特性を得ることができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

C 0 8 L 101/00

// B 2 9 K 67:00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所